

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Shigeo KOFUNE, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: TEMPERATURE MEASURING APPARATUS OF HIGH MELTING POINT METAL CARBIDE-CARBON SYSTEM MATERIAL THERMOCOUPLE TYPE, AND METHOD FOR PRODUCING THE APPARATUS

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY

Japan

APPLICATION NUMBER

2002-214316

MONTH/DAY/YEAR

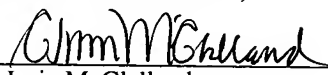
July 23, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
☐ are submitted herewith
☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.


C. Irvin McClelland

Registration No. 21,124



22850

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 7月23日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-214316

[ST.10/C]:

[JP2002-214316]

出 願 人

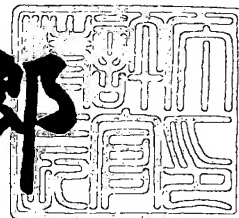
Applicant(s):

株式会社神戸製鋼所

2003年 5月27日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3039743

【書類名】 特許願

【整理番号】 14PK5303

【提出日】 平成14年 7月23日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01K 7/02
F27D 21/00

【発明の名称】 高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置
及びその装置の製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸
製鋼所 高砂製作所内

【氏名】 小舟 恵生

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸
製鋼所 高砂製作所内

【氏名】 藤川 隆男

【特許出願人】

【識別番号】 000001199

【氏名又は名称】 株式会社 神戸製鋼所

【代理人】

【識別番号】 100089196

【弁理士】

【氏名又は名称】 梶 良之

【選任した代理人】

【識別番号】 100104226

【弁理士】

【氏名又は名称】 須原 誠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014731

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0103969

【包括委任状番号】 0000795

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置及びその装置の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高融点金属炭化物からなる棒状部材と炭素系材料からなる棒状部材の一端を何れかの材料からなる結合部材を用いて結合し温度測定部とすることを特徴とする高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 2】 高融点金属炭化物からなる棒状部材を炭素系材料からなる底付きパイプ状部材の内部に装入すると共に底部において結合し温度測定部とすることを特徴とする高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 3】 高融点金属炭化物が、タンゲステン、タンタル、チタン、ハフニウム、ニオブ、ジルコニウムの何れか 1 種の炭化物である請求項 1 又は 2 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 4】 高融点金属炭化物が端部にオネジが形成され、一方結合部材にメネジが形成されてネジ結合されてなる請求項 1 又は 3 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 5】 高融点金属炭化物が端部にオネジが形成され、一方底付きパイプ状部材の底部にメネジが形成されてネジ結合されてなる請求項 2 又は 3 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 6】 高融点金属炭化物が、高融点金属棒材を炭素粉末で覆い、全体を高温状態で圧縮することにより炭化して製造されるとともに、その外周部を研削加工し、更に端部に超音波加工もしくは放電加工によりオネジが形成されたものである請求項 4 又は 5 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置。

【請求項 7】 高融点金属棒材を炭素粉末で覆い、全体を高温状態で圧縮することにより、高融点金属棒材を炭化させ、ついで、外周部を研削加工するとともに、端部に超音波加工もしくは放電加工によりオネジを形成し、このオネジに底部にメネジが加工して施された炭素系材料からなる底付きパイプ状部材を結合することによって熱電対形に形成することを特徴とする高融点金属炭化物－炭素

系材料熱電対形の温度測定装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置及びその装置の製造方法に関し、詳細には2000℃を超えるような高温度の測定に適した温度測定技術に関し、特に熱間等方圧（HIP）装置に代表されるような縦形の電気炉構造を有する装置における温度測定を室温から最高温度まで連続的に行うことを可能とする温度測定技術に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

工業的に利用されている高温プロセスでは、そのプロセスの成否は、温度測定の精度、再現性などの信頼性に大きく依存している。工業的な温度測定技術としては、近年は、温度測定精度と簡便さから熱電対が使用されることが多いが、2000℃を超えるような高温域では、唯一使用可能な熱電対が、タングステン－レニウム（W－Re）系熱電対に限定されているのが現状である。しかしながら、このW－Re系熱電対の市販品では熱電対素線の線径が0.5mm以外は一般的でなく、この細い熱電対素線の製造が線引き法を使用していることに起因して、1600℃以上の高温域で使用するすると熱電対素線の結晶粒の粗大化に伴う脆化現象により非常に破損しやすくなって寿命が短くなり、実際に使用途中でしばしば断線するという問題を有している。また、このW－Re系熱電対も実質上2300℃以上の高温では温度測定ができないという根本的な問題を有している。

【0003】

上記W－Re系熱電対の線引き法による細い熱電対素線に伴う破断の問題点を解消するため、太径（3～5mm）のロッド状のタングステン（W）及びタングステン－レニウム（W－Re）系材料を用いて、これら2本のロッドの一端をいずれかの金属からなるボタン状の結合部材を用いてネジ構造によって結合するとともに、全体を高融点金属又は窒化硼素（BN）等の耐熱材料からなるシースの中に収納した構造を採用するW－Re系熱電対が提案（特公平3－17075号

公報参照)され、2200℃位までの温度域での操作が可能なHIP装置用の熱電対として用いられている。この熱電対は、2200℃までの温度域においては工業上問題が無い程度の期間、安定に使用できることが実証され、主として窒化ケイ素セラミックスのHIP処理等に用いられている。しかし、2200℃を超える高温では、長期間の使用には安定性の点で、まだ問題を残しているのが実状である。

【0004】

一方、炭化硼素焼結体ロッドと黒鉛底付きパイプを上端部で差込構造により結合した熱電対が、ESK (Electro Schmelzwerk Kempten) 社により販売されている。この熱電対も常温からかなりの高温域まで温度測定ができるものの、熱起電力の安定性の問題および、使用温度の上限が高々2300℃弱であることから、2300℃の連続的な温度測定には不十分という問題を残している。また、この炭化硼素焼結体と黒鉛を組合わせた熱電対では、一方の電極材料として炭化硼素焼結体を使用されているが、焼結体の密度が100%ではないために、例えばHIP装置で2000℃以上の高温測定に使用すると、さらに焼結が進んで、炭化硼素焼結棒材の長さが短くなるという問題が経験されている。これは、高純度の炭化物の多くが、高融点であるために、焼結助剤を添加しないと通常の焼結法では高密度焼結ができないにもかかわらず、熱起電力の安定性確保には、焼結助剤のような添加物の使用が大きな影響を与えるため、焼結助剤の使用が許容されないことに起因している。

【0005】

上述のような状況から、2000℃を超えるような温度域での処理プロセスに用いられる装置、例えば高温の焼結炉やホットプレス装置及び一部のHIP装置では、放射光を利用した二色温度計等の光学的な测温技術が使用されることが多いのが実状である。しかしながら、この光学的な测温技術の場合、放射光の強度が強くなる1000乃至1100℃以上の高温でなければ十分な温度精度が得られず、実質上このような温度域以上でなければ使用できないという問題を有している。したがって、実際には、この温度域以下の温度では測定可能な温度測定装置を用い、例えば電気炉の場合には電力を所定のプログラムにしたがって投入し

て光学的測温装置からの出力が検知される1000乃至1100℃以上の温度域でこの光学的な温度測定装置に温度制御装置の入力を切替えて温度制御するという手法が取られており、非常に使いにくいというのが実状である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上述したように、工業的に利用されている高温プロセスにおける温度測定技術として、ロッド状の電極材を用いたW-Re系熱電対や炭化硼素焼結体と黒鉛を組合わせた熱電対あるいは光学的測温装置が知られているが、W-Re系熱電対や炭化硼素焼結体と黒鉛を組合わせた熱電対では、2000℃程度の高温までは温度測定が可能であるが、2000℃を超え2300℃以上ともなると安定した温度測定が期待できなくなる。その上、後者の炭化硼素焼結体と黒鉛を組合わせた熱電対の場合には、HIP処理のように圧力がかかる処理装置に適用した場合には、さらに焼結が進んで、炭化硼素焼結棒材の長さが短くなるという問題が懸念される。一方、光学的測温装置では、1000乃至1100℃以上の高温においては十分な温度精度が得られるものの、逆に1000℃未満では十分な温度測定精度が期待し得なくなる。

【0007】

そこで、本発明は、上記の問題点を解消するためになしたものであって、その目的は、高温プロセスを精度良く制御すべく、圧力の有無に関わらず室温域から2000℃以上の高温域までの温度を連続で安定して精度良く測定し得る高融点金属炭化物-炭素系材料熱電対形の温度測定装置及びその装置の製造方法を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するために、本発明は次の如き構成となっている。すなわち、請求項1に係る発明は、高融点金属炭化物からなる棒状部材と炭素系材料からなる棒状部材の一端を何れかの材料からなる結合部材を用いて結合し温度測定部とする高融点金属炭化物-炭素系材料熱電対形の温度測定装置である。

【0009】

請求項 2 に係る発明は、高融点金属炭化物からなる棒状部材を炭素系材料からなる底付きパイプ状部材の内部に装入すると共に底部において結合し温度測定部とする高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置である。

【 0 0 1 0 】

請求項 3 に係る発明は、高融点金属炭化物が、タンゲステン、タンタル、チタン、ハフニウム、ニオブ、ジルコニウムの何れか 1 種の炭化物である請求項 1 又は 2 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置とするものである。

【 0 0 1 1 】

請求項 4 に係る発明は、高融点金属炭化物が端部にオネジが形成され、一方結合部材にメネジが形成されてネジ結合されてなる請求項 1 又は 3 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置とするものである。

【 0 0 1 2 】

請求項 5 に係る発明は、高融点金属炭化物が端部にオネジが形成され、一方底付きパイプ状部材の底部にメネジが形成されてネジ結合されてなる請求項 2 又は 3 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置とするものである。

【 0 0 1 3 】

請求項 6 に係る発明は、高融点金属炭化物が、高融点金属棒材を炭素粉末で覆い、全体を高温状態で圧縮することにより炭化して製造されるとともに、その外周部を研削加工し、更に端部に超音波加工もしくは放電加工によりオネジが形成されたものである請求項 4 又は 5 に記載の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置とするものである。

【 0 0 1 4 】

請求項 7 に係る発明は、高融点金属棒材を炭素粉末で覆い、全体を高温状態で圧縮することにより、高融点金属棒材を炭化させ、ついで、外周部を研削加工するとともに、端部に超音波加工もしくは放電加工によりオネジを形成し、このオネジに底部にメネジが加工して施された炭素系材料からなる底付きパイプ状部材を結合することによって熱電対形に形成することを特徴とする高融点金属炭化物

－炭素系材料熱電対形の温度測定装置の製造方法とするものである。

【 0 0 1 5 】

上記構成の本発明について更に詳細に説明する。

2 0 0 0 ℃以上の高温を測定するためには、耐熱性のある材料すなわち高融点の材料が必要であり、かつ熱電対として使用するためには、二種類の材料を高温の温度を測定する側の温度測定部（温接点）で結合することが必要である。更に、これらの材料がワイヤ（線）もしくはロッド状に形成でき、全体にわたって組成（純度）の点で均一であることが要求される。

【 0 0 1 6 】

炭化物材料の多くは高融点である。その中でも本発明が対象とする炭化物材料は高融点金属の炭化物であって、例えばタングステン炭化物（W C）、タンタル炭化物（T a C）、ハフニウム炭化物（H f C）、ニオブ炭化物（N b C）、ジルコニウム炭化物（Z r C）などである。このように本発明が高融点金属の炭化物に限定する理由は、半金属のような硼素の炭化物（B C）では高融点ではあるものの、焼結によって成形しなければならず、その際、焼結助剤を添加する必要があるため緻密な棒材に成形することが難しい。これに対して、高融点金属の炭化物であれば、後記するように緻密な棒材の成形が可能なためである。

【 0 0 1 7 】

また、高融点金属炭化物であっても、これらの材料系には二種類以上の炭化物を形成するものも多く、例えばタングステンの炭化物には、上記のW CのほかにW₂Cという化学記号で表される炭化物も存在する。しかし、本発明で対象とする炭化物は当該高融点金属材料と炭素の二元系状態図の上でもっとも炭素に近い側の組成の炭化物に限定することが好ましい。その理由は、熱電対構造の場合、相手方の電極として黒鉛（炭素）を用いることから、最も炭素量の多い炭化物でなければ、使用過程で、黒鉛側の電極から炭素原子が拡散現象によって移動し、例えばW₂Cを使用していれば黒鉛との接点からW Cが形成されていくために、熱起電力の変動が生じてしまうという問題が発生するためである。

【 0 0 1 8 】

また、タングステンと炭素の二元系を例にとれば、W₂CとW Cの間の組成域

に共晶点（共晶温度～2735℃）が存在するため、この温度で融解現象が生じるが、WCとCの間の組成域には共晶点は存在しないので、WCの融点（約2780℃）までは、溶融することはない。表1にWCを含めて高融点金属炭化物の融点及び共晶温度を示す。なおこれらの値は測定が困難であることから±50℃程度の誤差が見込まれる。

【0019】

【表1】

系	炭化物の融点 (℃)	共晶温度 (℃)
HfC-C	3950	3180
NbC-C	3600	3220
TaC-C	3985	3445
TiC-C	3067	2776
WC-C	2780	—
ZrC-C	3540	2927

【0020】

表1に示すように、本発明が対象とする高融点金属炭化物材料は、相手方材料の炭素（黒鉛）の昇華する温度3750℃と同等もしくはそれ以上の融点を有しており、2000℃以上の高温域での温度測定に十分に使用可能である。

【0021】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。図1は、本発明に係る高融点金属炭化物-炭素系材料熱電対形の温度測定装置の要部を構成する熱電対ユニットの断面図である。図において、1は熱電対ユニット、2は高融点金属炭化物棒状部材、3は炭素系材料製底付きパイプ状部材を示す。

【0022】

高融点金属炭化物棒状部材2は、一方の電極を構成するもので、両端部のそれぞれにオネジ4、5が形成されている。

【0023】

炭素系材料製底付きパイプ状部材3は、他方の電極を構成するもので、パイプ

部 6 と底部 7 で構成され、底部 7 の中央部には貫通孔 8 が形成されている。底部 7 側が温度測定の際の高温側の温度測定部（温接点）となる。なお、炭素系材料は黒鉛を用いた。

【 0 0 2 4 】

熱電対ユニット 1 は、炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 のパイプ部 6 の開口 9 側から高融点金属炭化物棒状部材 2 をパイプ部 6 内に装入するとともに、高融点金属炭化物棒状部材 2 の一端オネジ 4 側を底部 7 の貫通孔 8 に挿通し底部 7 の外側で炭素材料（黒鉛）もしくは高融点金属炭化物のいずれかの材料で製作されたナット 1 0 により固定する一方、高融点金属炭化物棒状部材 2 のオネジ 5 側を電気絶縁部材 1 1 の貫通孔 1 2 に挿通するとともに、その電気絶縁部材 1 1 を炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の開口 9 に固定して構成したものであって、炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の内部に配置された高融点金属炭化物棒状部材 2 は、底部 7 で炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 に懸垂された構造となっている。

【 0 0 2 5 】

上記のような構造とする理由は、高融点金属炭化物棒状部材 2 と炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 とに熱膨張係数の違いがあるため、熱膨張によって熱応力が発生して、強度の弱い部材が変形もしくは破損してしまうため、その熱膨張による伸びの影響を回避するためである。一方、このような構造としているため、高融点金属炭化物棒状部材 2 がオネジ 4 側以外の部分で炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 と接触しないようにするため、電気絶縁部材 1 1 が配置され、オネジ 4 側の温度測定部以外で電氣的な接点が形成されないように配慮されている。

【 0 0 2 6 】

また、高融点金属炭化物棒状部材 2 のオネジ 5 には高融点金属炭化物製ナット 1 3 が取付けられ、このナット 1 3、1 3 により導電性の材料からなるリード線 1 4 が接続されている。また、炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の開口 9 側にもリード線 1 5 が接続されている。これらリード線 1 4、1 5 は電圧計（図示せず）に接続される。

【 0 0 2 7 】

上記の如く構成された熱電対ユニット 1 は、例えば H I P 装置（図示せず）の場合、高压容器内の加熱装置の内側に支持部材によって装着されて温度測定が行われる。この場合、熱起電力は、上記のリード線 1 4, 1 5 により、高压容器の下蓋等の部材を通過するコネクタ部材を介して、大気圧下に置かれた熱起電力変換計（冷接点温度補償機能を持つ電圧計）に入力される。このとき、高融点金属炭化物棒状部材 2 のオネジ 5 及び炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の開口 9 側（低温側の端部）の温度が、熱起電力変換計の入力端子部の温度と異なる場合、この温度差に起因する測温誤差が発生するので、この低温端部の温度はなるべく室温に近い状態とすることが推奨される。このようにして、例えば H I P 装置のような高温プロセスにおいて、室温域から 2 0 0 0℃ 以上の高温域までの温度を安定して精度良く測定できる。

【 0 0 2 8 】

なお、上記例では、炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 を例に説明したが、このように底付きパイプ形とすることにより、温度測定対象装置の雰囲気ガス中の不純物による高融点金属炭化物棒状部材 2 の変質が防止できて好ましいためである。しかし、本発明は、この例に限定されるものではなく、炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 を高融点金属炭化物棒状部材 2 と同様に棒状部材としても熱電対としての機能は上記例と同様に発揮される。この場合、図 2 に示すように、炭素系材料製棒状部材 3 A と高融点金属炭化物棒状部材 2 の温度測定部側は、どちらかの材料からなる 2 つ貫通孔を有する結南部材 1 6 を用いて、また低温側は、同様に 2 つの貫通孔を有する電気絶縁材製結南部材 1 7 を用いて、ナット 1 8 により相対位置がずれないようにする構造が採用され、温度測定対象装置への固定方法については、上記例の場合と同様に、片側の電極のみもしくは前記電気絶縁材製結南部材 1 7 を装置の低温部に固定して他方の電極を懸垂させる構造が採用される。

【 0 0 2 9 】

また、上記例では、高融点金属炭化物棒状部材 2 の一端オネジ 4 側を炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の底部 7 の貫通孔 8 に挿通し底部 7 の外側でナット 1 0 により固定する例を説明したが、本発明はこの例に限定されるものではなく、

炭素系材料製底付きパイプ状部材 3 の底部 7 の貫通孔 8 に代えてメネジを施し、そのメネジにオネジ 4 を直接ネジ込んで結合してもよい。また、高融点金属炭化物棒状部材 2 のオネジ 5 と電気絶縁部材 1 1 との結合、及び上記炭素系材料製棒状部材 3 A や高融点金属炭化物棒状部材 2 と結合部材 1 6、1 7 との結合も同様に直接ネジ結合としてもよい。

【 0 0 3 0 】

次に、本発明に係る高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置の製造方法について説明する。

【 0 0 3 1 】

本発明による熱電対形の温度測定装置の特性、とくに長期安定性を決定するものは、高融点金属炭化物棒状部材の純度・強度等であり、通常の焼結法により製造された棒状の炭化物を使用することも本発明の範囲に含まれ、使用は可能であるが、より適した高融点金属炭化物棒状部材は、以下に示す本発明者等による製造方法により製造されたものが好ましい。

【 0 0 3 2 】

すなわち、高融点金属棒材を炭素粉末で覆い、全体を高温状態で圧縮することにより、高融点金属棒材を炭化させ、高融点金属炭化物棒状部材を得る。ついで、その高融点金属炭化物棒状部材の外周部を研削加工するとともに、端部に超音波加工もしくは放電加工によりオネジを形成し、このオネジに底部にメネジが加工して施された炭素系材料からなる底付きパイプ状部材（炭素系材料製底付きパイプ状部材）を結合することによって熱電対形に形成する、高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置の製造方法である。

【 0 0 3 3 】

前述のように、高融点金属の炭化物とくに本発明で使用されるような W C、H f C、T a C、T i C、N b C、Z r C 等は融点が元の高融点金属材料よりも高く、通常の高融点金属やこれらの炭化物からなる製品を製造するのに通常用いられている常圧もしくは真空焼結法では、焼結助材と称される添加物を加えなければ高密度の部材が得られないという問題がある。とくに、本発明における熱電対として使用する場合には、組成が均一であり、高密度であることが必要条件であ

り、通常の焼結方法では必ずしも本発明の目的に使用するような高融点金属炭化物棒状部材を製造するには適していない。また、形状として線材に近い細くかつ長い棒状の形状となるため、通常の粉末を原料とする焼結法では、粉末の成形及び焼結に技術的な問題が多く、適用に多くの困難を伴う。本発明は、これらの炭化物の原料となる高融点金属については、線材もしくは細径の棒材が市販されており、入手が容易であることに着目し、これらを素材として、炭素との反応を利用して、線もしくは棒状の炭化物を製造し、これを高融点金属炭化物素材として、機械加工を施して熱電対形の温度測定装置を製造するものである。

【 0 0 3 4 】

図 3 に、本発明に係る高融点金属炭化物棒状素材の製造方法を概念的に示す。本例では、高融点金属棒 1 9 の周囲に炭素粉末 2 0 を充填した状態で、金属もしくはガラス製のカプセル 2 1 中に真空封入して H I P 処理を行うことで、高融点金属棒 1 9 と炭素を反応させて棒状の高融点金属の炭化物（高融点金属炭化物棒状部材）を製造する。高温下で高融点金属棒 1 9 と炭素が反応して炭化物を生成する反応では、高融点金属自体は体積膨張を生じる。この時、反応生成物である炭化物と元の高融点金属との界面に空隙が発生することがあるが、H I P 処理を利用すると高温下で高圧力が作用しているため、このような空隙の発生を生じることなく、緻密な炭化物を得ることができる。H I P 処理の温度は元の高融点金属材料の種類によって異なるが、高融点金属棒の直径が 5 m m 以下の時、少なくとも 1 0 0 0 ℃ 以上の高温が必要で、1 5 0 0 ～ 2 0 0 0 ℃ であれば、反応時間が 1 ～ 4 時間程度で高融点金属棒全体を炭化物に変換させることができる。

【 0 0 3 5 】

このような高温域での H I P 処理では、使用するカプセル 2 1 の材料の選択が問題で、石英ガラスや高融点金属が用いられる。高融点金属を使用する場合、肉厚 0 . 3 ～ 0 . 5 m m の底付きパイプ状の部材と開口端部を閉塞する蓋部材で構成され、炭素粉末 2 0 と棒状の高融点金属（図示のように複数本でも可）1 9 をカプセル 2 1 内に装填した後、エレクトロンビーム（E B）溶接法により真空封入する方法が推奨される。なお、当然であるが、H I P 処理過程でカプセル 2 1 も炭化されるが、緻密化の初期過程でカプセル 2 1 内部の気密性が保持されて

いれば、H I P 処理による緻密化は達成され、H I P 処理後はカプセル 2 1 の材料がこの炭化により脆くなっているため、薄肉であることと相俟って、カプセル 2 1 の除去が非常に容易となるという利点がある。

【 0 0 3 6 】

カプセル 2 1 の材料が石英ガラスの場合には、石英チューブは比較的容易に入手でき、一方の端部を閉じた石英チューブの中に、炭素粉末 2 0 と棒状の高融点金属 1 9 を装填した後、他端開口に真空引き用のホースを装着して真空引きを行いつつ、都市ガス－酸素炎のバーナで加熱して、真空封入作業を行うことができ、高価な E B 溶接機を必要としないという利点を有するが、石英ガラスは割れ物であるため、H I P 処理時の加圧速度やカプセルのハンドリングに注意が必要である。

【 0 0 3 7 】

上記 H I P 処理により得られた高融点金属炭化物棒状部材は、外表面に凹凸等が存在するため、研削などによって平坦化させるとともに、端部にオネジを形成して、前述の本発明に係る熱電対形の温度測定装置に適用される高融点金属炭化物棒状部材の形状・寸法に加工される。このようにして製造された高融点金属炭化物棒状部材を、別途準備した炭素系材料（黒鉛）製底付きパイプ状部材内に挿入すると共に電気絶縁部材を装着して熱電対形として完成される。

【 0 0 3 8 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明に係る高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置によれば、室温から 2 0 0 0 ℃ 以上の高温までの領域での温度測定を、簡便な方法で、極めて経済的に行えるようになり、今後の超高温のプロセス、とくにガス圧力を組合わせたようなプロセスの発展に資するところ極めて大きい。

【 0 0 3 9 】

また、2 0 0 0 ℃ を超えるような高い温度の測定を光学的な測温手法を用いることなく、室温域から 2 0 0 0 ℃ 以上の高温度域までの連続した温度測定が可能となる。また、低温と高温の 2 段階で温度を保持するようなプロセスも精度良く

制御することが可能となる。

【 0 0 4 0 】

また、H I P 処理のような高圧ガス雰囲気下でのプロセスの場合や、加圧雰囲気焼結のような場合には、光学的な測温手法では、光を信号として取出すには、石英ガラスなどでできた光学的透過窓もしくは光ファイバを用いることが必要で、ガラスが割れ物であって同時に耐圧性を要求されることから、課題が多いが、本発明によれば、温度測定装置自体にガス圧力が作用しても、等方圧は作用するものの、耐圧部材構造とはなっていないので、破損するようなことはなく、H I P 処理のような高圧ガス雰囲気であっても使用できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明に係る高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置の要部を構成する熱電対ユニットの断面図である。

【図 2】

本発明に係る別の実施形態の高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置の要部を構成する熱電対ユニットの断面図である。

【図 3】

本発明に係る高融点金属炭化物棒状素材の製造方法を概念的に示す説明図である。

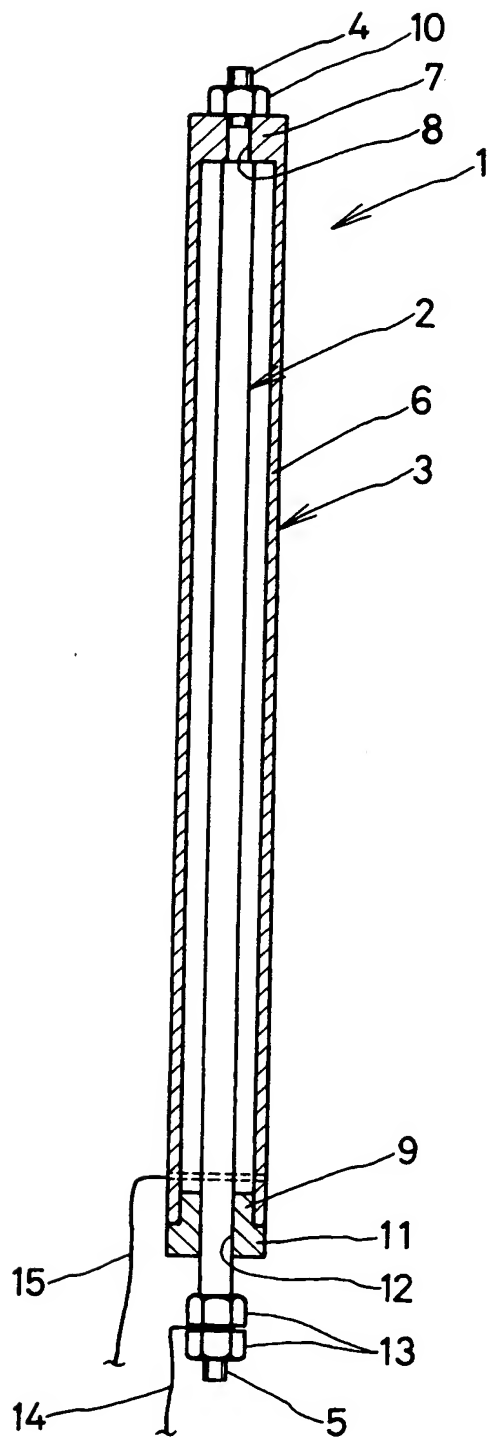
【符号の説明】

- | | | |
|---------------------|-------------------|-------------|
| 1 : 熱電対ユニット | 2 : 高融点金属炭化物棒状部材 | |
| 3 : 炭素系材料製底付きパイプ状部材 | | 4、5 : オネジ |
| 6 : パイプ部 | 7 : 底部 | 8 : 貫通孔 |
| 9 : 開口 | 10 : ナット | 11 : 電気絶縁部材 |
| 12 : 貫通孔 | 13 : 高融点金属炭化物製ナット | |
| 14、15 : リード線 | 16 : 結合部材 | |
| 17 : 電気絶縁材製結合部材 | | 18 : ナット |
| 19 : 高融点金属棒 | 20 : 炭素粉末 | 21 : カプセル |

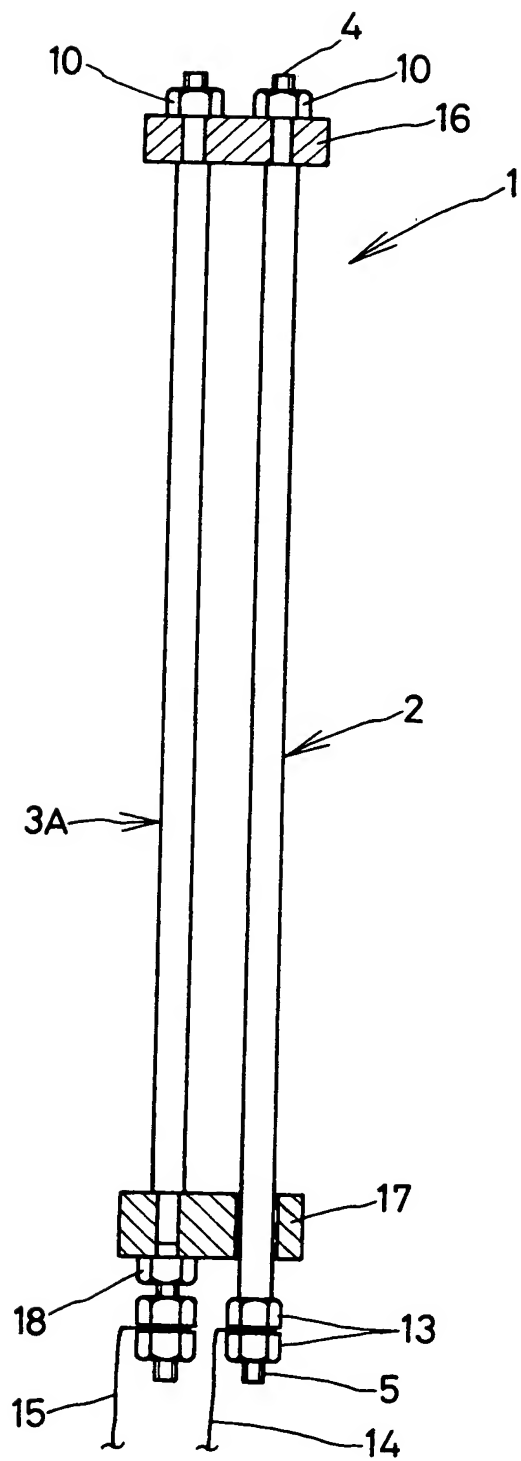
【書類名】

図面

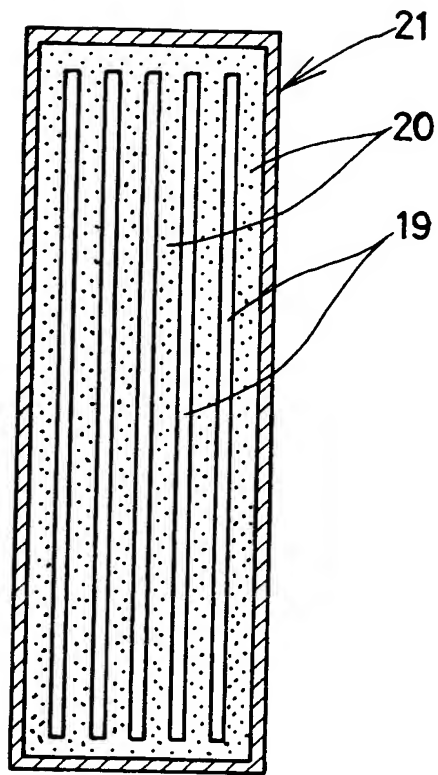
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温プロセスを精度良く制御すべく、圧力の有無に関わらず室温域から 2 0 0 0 ℃以上の高温域までの温度を連続で安定して精度良く測定し得る高融点金属炭化物－炭素系材料熱電対形の温度測定装置を提供する。

【解決手段】 高融点金属炭化物からなる棒状部材 2 を炭素系材料からなる底付きパイプ状部材 3 の内部に装入すると共に底部 7 において結合し温度測定部とする。

【選択図】 図 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001199]

1. 変更年月日 2002年 3月 6日

[変更理由] 住所変更

住 所 兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
氏 名 株式会社神戸製鋼所